



硝基化合物和炸药的分离、纯化及色谱分析

技术综述

前言

炸药及与其具有结构相关性的硝基化合物是一类具有全身毒性的化合物。因此，EPA 和其它环境机构严格监控其使用。由于此类化合物能从土壤迁移到水中，所以本文使用 Agilent SampliQ DVB 固相萃取 (SPE) 柱对水样中此类化合物的分离和纯化效果进行了评价。同时也使用 Agilent's Poroshell 120 EC-C18 色谱柱对这类组分的分离性能进行了评价。

使用 Agilent SampliQ DVB SPE 柱，对 EPA 方法 8330 中校准混标 A 和 B (14 种炸药和硝基化合物组分) 的稀释水溶液进行分离和纯化。样品使用乙腈 (ACN) 洗脱。洗脱液用水稀释至 30% 乙腈/水溶液体系，后使用 Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱进行分析。

使用 Agilent SampliQ DVB SPE 柱 (3 mL, 60 mg, 部件号 5982-3136) 对 2% 乙腈/水的样品 (1 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 溶液进行分离和浓缩。如图 2 所示，上样 12 mL 至 SampliQ DVB SPE 柱。合并乙腈洗脱液，用水稀释至 30% 乙腈/水溶液体系，在 210 nm 和 254 nm 两个检测波长下，使用 Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱 (3.0 mm \times 100 mm, 2.7 μm , 部件号 695975-302) 进行外标法分析。

14 个组分的回收率在 90%-105% 范围内。3 次重复实验结果的 RSD 均不大于 1.2%。实验结果表明，Agilent SampliQ DVB SPE 柱与 Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱是分离和分析该类化合物的绝佳组合。



研究目的和方法学

本文研究的目的是评价 Agilent SampliQ DVB SPE 柱对硝基化合物和炸药的分和纯化效果 (图 1)。鉴于结构上的多重相似性, 故对该类化合物的分析, 也能充分评价 Agilent's Poroshell 120 EC-C18 系列色谱柱的分离性能。

取等量 (各 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 的 14 种标准的乙腈溶液, 将其稀释为 2% 乙腈/水的标准溶液 (各化合物均为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。将该溶液用作评估 SampliQ DVB SPE 柱性能的样品液。

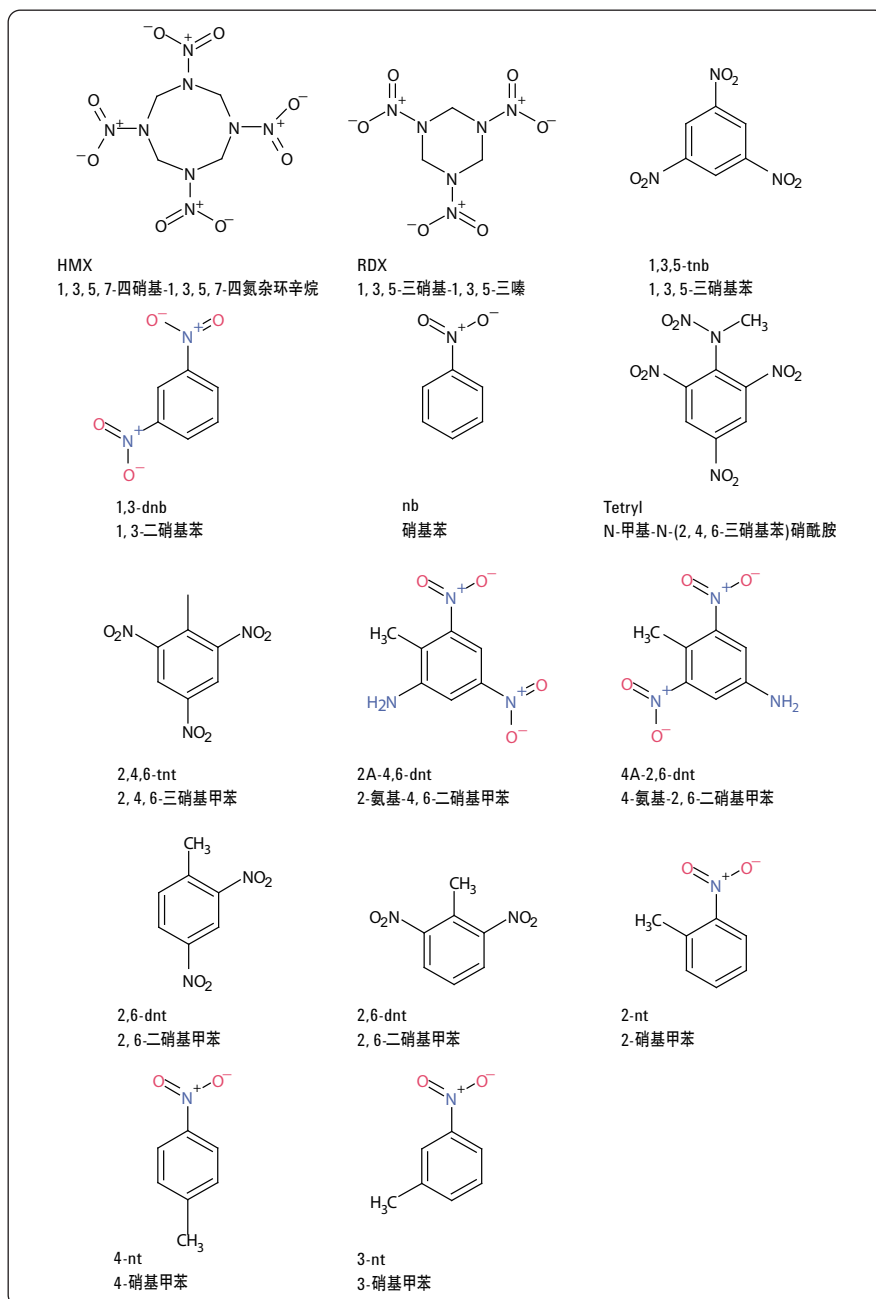


图 1. 化合物结构图

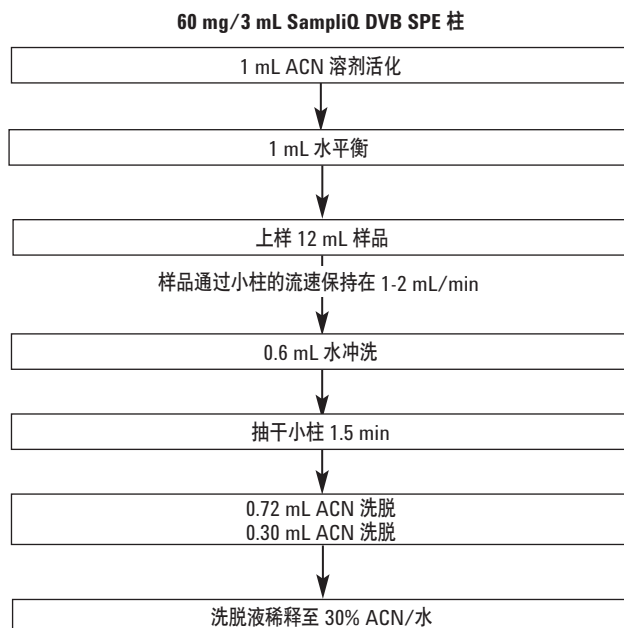


图 2. 使用 Agilent SampliQ DVB SPE 柱的样品净化步骤

结果与讨论

三次重复实验的平均回收率范围为 90%-105% (表 1), 其 RSD 最高为 1.2%。

表 1. 使用 Agilent Polymer SampliQ DVB SPE 柱进行分析的回收率数据

序号	化合物 ID	样品 % 回收率	重现性 %RSD (n = 3)	化合物全称
1	HMX	104	0.8	1, 3, 5, 7-四硝基-1, 3, 5, 7-四氮杂环辛烷
2	RDX	103	0.6	1, 3, 5-三硝基-1, 3, 5-三嗪
3	1,3,5-tnb	105	0.6	1, 3, 5-三硝基苯
4	1,3-dnb	103	0.7	1, 3-二硝基苯
5	nb	101	1.2	硝基苯
6	Tetryl	90	1.2	N-甲基-N-(2, 4, 6-三硝基苯)硝酰胺
7	2,4,6-tnt	103	0.6	2, 4, 6-三硝基甲苯
8	2A-4,6-dnt	103	0.6	2-氨基-4, 6-二硝基甲苯
9	4A-2,6-dnt	101	0.6	4-氨基-2, 6-二硝基甲苯
10	2,4-dnt	102	0.6	2, 4-二硝基甲苯
11	2,6-dnt	102	0.7	2, 6-二硝基甲苯
12	2-nt	98	1.2	2-硝基甲苯
13	4-nt	98	1.0	4-硝基甲苯
14	3-nt	97	1.2	3-硝基甲苯

上述化合物是 EPA 方法 8330 校准混标 A 和 B 的混合物

如图 3 所示，使用 Agilent Poroshell 120 色谱柱成功分离了这 14 种化合物，分离度良好。

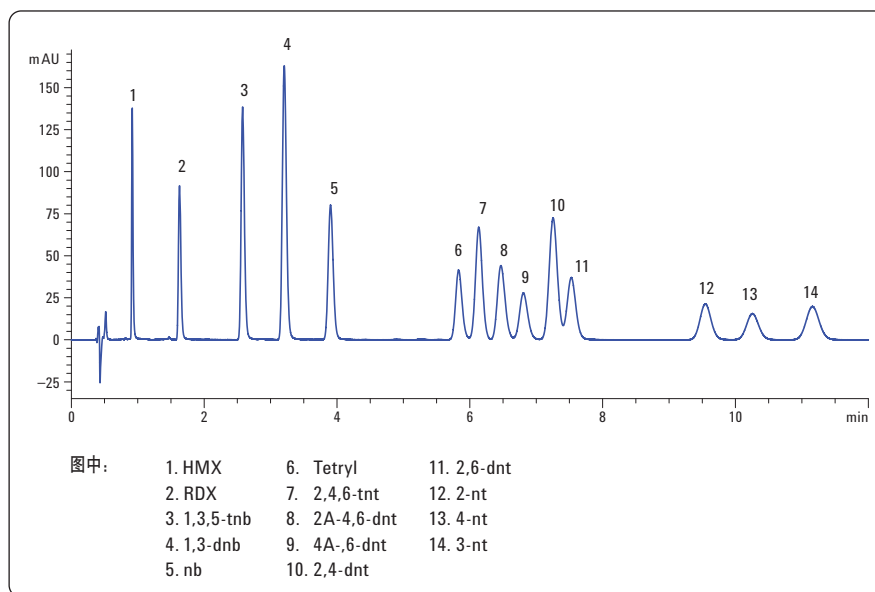


图 3. 标准品代表色谱图, 5 $\mu\text{g/mL}$, 254 nm

高效液相色谱分析条件

色谱柱:	Agilent Poroshell 120 EC-C18, 3.0 mm \times 100 mm, 2.7 μm (安捷伦部件号 695975-302)
流动相:	25% 甲醇/水 (等度洗脱)
流速:	1.0 mL/min
DAD 检测器:	254, 210 nm
柱温:	44 $^{\circ}\text{C}$
进样量:	30 μL
流通池:	10 mm, 13 μL

结论

使用 Agilent SampliQ DVB SPE 柱进行样品分离纯化, 回收率高, 重现性好, 加上 Agilent Poroshell 120 色谱柱的有效分离, 使之成为了分析硝基化合物和炸药的完美结合。我们同样可以推测该方法也可很好的用于其他硝基化合物和炸药的分析。

安捷伦 SPE 部件号

名称及规格	部件号
SampliQ DVB SPE 柱, 3 mL 柱管, 60 mg	5982-3136
Poroshell 120 EC-C18, 3.0 mm × 100 mm, 2.7 μm	695975-302

更多信息

如需了解更多有关我们产品和服务的信息, 请访问我们的网站
www.agilent.com/chem/cn。

作者/联系方式

Joan Stevens 是安捷伦科技有限公司 (Wilmington DE, USA) 的一名样品制备应用化学家。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦公司对本材料所包含的错误，或由于提供、展示或使用本材料所造成的直接或间接损失概不负责。

本出版物所含信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2010

中国印刷

2010年4月21日

5990-5552CHCN



Agilent Technologies